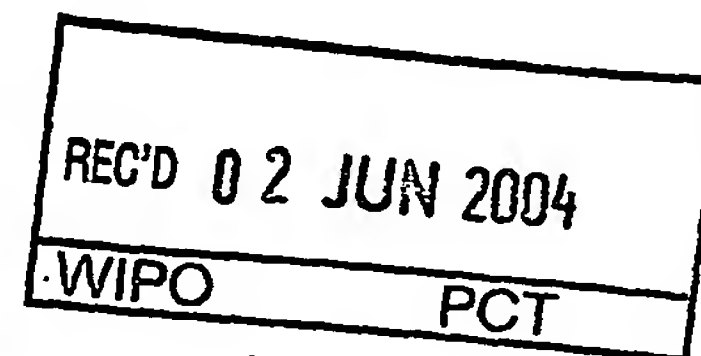


1 0 1 1 2 0 0 4 / 0 0 4 0 / 1

BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND



Prioritätsbescheinigung über die Einreichung einer Patentanmeldung

Aktenzeichen: 103 17 885.6

Anmeldetag: 17. April 2003

Anmelder/Inhaber: Umicore AG & Co KG, 63457 Hanau/DE
(vormals: OMG AG & Co KG)

Bezeichnung: Verfahren und Vorrichtung zum Beschichten
eines Tragkörpers

IPC: B 05 D 7/00

Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der ursprünglichen Unterlagen dieser Patentanmeldung.

München, den 10. März 2004
Deutsches Patent- und Markenamt
Der Präsident
Im Auftrag

Wallner

**PRIORITY
DOCUMENT**

SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

Verfahren und Vorrichtung zum Beschichten eines Tragkörpers

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zum Beschichten eines Tragkörpers mit einer Beschichtungssuspension. Insbesondere betrifft die Erfindung ein Verfahren und eine Vorrichtung zum Beschichten von Tragkörpern für Katalysatoren -
5 zum Beispiel Autoabgaskatalysatoren.

Die Tragkörper für Autoabgaskatalysatoren besitzen in der Regel eine zylindrische Form mit zwei Stirnflächen und einer Mantelfläche und werden von der ersten Stirnfläche zur zweiten Stirnfläche von einer Vielzahl von im wesentlichen parallel zur Zylinderachse liegenden Strömungskanälen für die Abgase der Verbrennungskraftmaschinen durchzogen. Diese Tragkörper werden auch
10 als Wabenkörper bezeichnet.

Die Querschnittsform der Tragkörper hängt von den Einbauerfordernissen am Kraftfahrzeug ab. Weit verbreitet sind Tragkörper mit rundem Querschnitt, elliptischem oder dreieckförmigem Querschnitt. Die Strömungskanäle weisen
15 meist einen quadratischen Querschnitt auf und sind in einem engen Raster über den gesamten Querschnitt der Tragkörper angeordnet. Je nach Anwendungsfall variiert die Kanal- beziehungsweise Zelldichte der Strömungskanäle zwischen 10 und 140 cm⁻². Wabenkörper mit Zelldichten bis zu 250 cm⁻² und mehr sind in der Entwicklung.

Für die Reinigung der Autoabgase werden überwiegend Katalysator-Tragkörper eingesetzt, die durch Extrusion keramischer Massen gewonnen werden. Alternativ dazu stehen Katalysator-Tragkörper aus gewellten und gewickelten Metallfolien zur Verfügung. Für die Abgasreinigung von Personenkraftwagen werden heute noch überwiegend keramische Tragkörper mit Zelldichten von 62
25 cm⁻² eingesetzt. Die Querschnittsabmessungen der Strömungskanäle betragen in diesem Fall 1,27 x 1,27 mm². Die Wandstärken solcher Tragkörper liegen zwischen 0,1 und 0,2 mm.

Zur Umsetzung der in Autoabgasen enthaltenen Schadstoffe wie Kohlenmonoxid, Kohlenwasserstoffe und Stickoxide in unschädliche Verbindungen werden

zumeist feinstverteilte Platingruppenmetalle eingesetzt, die durch Verbindungen von Unedelmetallen in ihrer katalytischen Wirkung verändert sein können. Diese katalytisch aktiven Komponenten müssen auf den Tragkörpern abgeschieden werden. Allerdings ist es nicht möglich, die geforderte feinste Verteilung der katalytisch aktiven Komponenten durch Abscheidung dieser Komponenten auf den geometrischen Oberflächen der Tragkörper zu gewährleisten. Dies gilt in gleicher Weise für die unporösen metallischen wie auch für die porösen keramischen Tragkörper. Eine ausreichend große Oberfläche für die katalytisch aktiven Komponenten kann nur durch Aufbringen einer Trägerschicht aus feinteiligen, hochoberflächigen Materialien auf die Innenflächen der Strömungskanäle zur Verfügung gestellt werden. Dieser Vorgang wird im folgenden als Beschichten des Tragkörpers bezeichnet. Die Beschichtung der äußeren Mantelfläche der Tragkörper ist unerwünscht und sollte zur Vermeidung von Verlusten an wertvollen, katalytisch aktiven Materialien vermieden werden.

Zum Beschichten der Tragkörper dient eine Suspension aus den feinteiligen, hochoberflächigen Materialien in einer flüssigen Phase, zumeist Wasser. Typische Beschichtungssuspensionen für katalytische Anwendungen enthalten als hochoberflächige Trägermaterialien für die katalytisch aktiven Komponenten zum Beispiel aktive Aluminiumoxide, Aluminiumsilicate, Zeolithe, Siliciumdioxid, Titanoxid, Zirkonoxid und Sauerstoff speichernde Komponenten auf der Basis von Ceroxid. Diese Materialien bilden den Feststoffanteil der Beschichtungssuspension. Darüber hinaus können der Beschichtungssuspension noch lösliche Vorstufen von Promotoren oder katalytisch aktiven Edelmetallen der Platingruppe des periodischen Systems der Elemente zugefügt werden. Die Feststoffkonzentration typischer Beschichtungssuspensionen liegt im Bereich zwischen 20 und 65 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgewicht der Suspension. Sie weisen Dichten zwischen 1,1 und 1,8 kg/l auf.

Aus dem Stand der Technik sind verschiedene Verfahren zur Abscheidung der Trägerschicht auf den Tragkörpern unter Verwendung der Beschichtungssuspension, beziehungsweise Aufschlammung, bekannt. Zur Beschichtung

können die Tragkörper zum Beispiel in die Beschichtungssuspension getaucht oder mit der Beschichtungssuspension übergossen werden. Weiterhin besteht die Möglichkeit, die Beschichtungssuspension in die Kanäle der Tragkörper zu pumpen oder einzusaugen.

- 5 In allen Fällen muß überschüssiges Beschichtungsmaterial durch Absaugen oder Ausblasen mit Preßluft aus den Kanälen der Tragkörper entfernt werden. Hierdurch werden auch eventuell mit Beschichtungssuspension verstopfte Kanäle geöffnet.

- 10 Nach dem Beschichten werden Tragkörper und Trägerschicht getrocknet und anschließend zur Verfestigung und Fixierung der Trägerschicht auf dem Tragkörper calciniert. Anschließend werden die katalytisch aktiven Komponenten in die Beschichtung durch Imprägnieren mit zumeist wässrigen Lösungen von Vorläuferverbindungen der katalytisch aktiven Komponenten eingebracht. Alternativ hierzu können die katalytisch aktiven Komponenten auch schon der
15 Beschichtungssuspension selbst zugefügt werden. Ein nachträgliches Imprägnieren der fertiggestellten Trägerschicht mit den katalytisch aktiven Komponenten entfällt in diesem Fall.

- Ein wesentliches Kriterium der Beschichtungsverfahren ist die mit ihnen in einem Arbeitsgang erreichbare Beschichtungs- oder Beladungskonzentration. Hierunter wird der Feststoffanteil verstanden, der nach Trocknen und Calcinieren auf dem Tragkörper zurückbleibt. Die Beschichtungskonzentration wird in Gramm pro Liter Volumen der Tragkörper angegeben (g/l). In der Praxis werden Beschichtungskonzentrationen bei Autoabgaskatalysatoren bis zu 300 g/l benötigt. Kann diese Menge mit dem verwendeten Verfahren nicht in einem
20 Arbeitsgang aufgebracht werden, so muß der Beschichtungsvorgang nach dem Trocknen und gegebenenfalls Calcinieren des Tragkörpers so oft wiederholt werden, bis die gewünschte Beladung erreicht ist. Häufig werden zwei oder mehrere Beschichtungsvorgänge mit unterschiedlich zusammengesetzten Beschichtungssuspensionen vorgenommen. Hierdurch werden Katalysatoren
25 erhalten, die mehrere übereinanderliegende Schichten mit unterschiedlichen katalytischen Funktionen aufweisen.
30

Die DE 40 40 150 C2 beschreibt ein Verfahren, mit dem Katalysator-Tragkörper in Wabenform über ihre gesamte Länge gleichmäßig mit einer Trägerschicht, beziehungsweise mit einer katalytisch aktiven Schicht, beschichtet werden können. Im folgenden werden Katalysator-Tragkörper in Wabenform auch als Wabenkörper bezeichnet. Gemäß dem Verfahren der DE 40 40 150 C2 wird die Zylinderachse des Wabenkörpers zur Beschichtung vertikal ausgerichtet. Dann wird die Beschichtungssuspension durch die untere Stirnfläche des Wabenkörpers in die Kanäle eingepumpt, bis sie an der oberen Stirnfläche austritt. Danach wird die Beschichtungssuspension wieder nach unten abgepumpt und überschüssige Beschichtungssuspension aus den Kanälen durch Ausblasen oder Absaugen entfernt, um ein Verstopfen der Kanäle zu vermeiden. Mit diesem Verfahren werden Trägerschichten erhalten, die über die gesamte Länge der Wabenkörper eine gute Gleichmäßigkeit aufweisen.

Die DE 198 10 260 C2 beschreibt ein Verfahren zum Beschichten von Strömungskanälen eines Tragkörpers, der zunächst mit einer Beschichtungsdispersion durch die untere Stirnfläche mit einer Füllmenge gefüllt wird, die um bis zu 10% größer ist als das Leervolumen der Strömungskanäle. Sodann wird die überschüssige Dispersion durch Absaugen von der oberen Stirnfläche entfernt. Schließlich werden die Strömungskanäle von unten mit einem Saugimpuls freigesaugt.

Die beschriebenen Beschichtungsverfahren weisen eine gewisse Schwankungsbreite der Beschichtungs Menge von Tragkörper zu Tragkörper auf. Die Schwankungsbreite hängt von der Beschaffenheit der Beschichtungssuspension und von den Eigenschaften der zu beschichtenden Wabenkörper, wie zum Beispiel von ihrer Porosität, ab.

Es ist Aufgabe der vorliegenden Erfindung ein verbessertes Verfahren bzw. eine verbesserte Vorrichtung zum Beschichten von Tragkörpern, insbesondere für Katalysatoren, mit einer Beschichtungssuspension bereitzustellen, welches es ermöglicht, die Schwankungsbreite der Beschichtungs Menge zu vermindern.

Diese Aufgabe wird mit den Merkmalen gemäß den Ansprüchen gelöst.

Vor einer eingehenden Beschreibung der Erfindung sollen hier einige Begriffe erläutert werden.

Unter dem Begriff „Körper“ werden im nachfolgenden inerte Tragkörper für katalytisch aktive Beschichtungen verstanden.

- 5 Mit Nass-Aufnahme, beziehungsweise Nass-Beschichtungsmenge, wird im folgenden die Menge der Beschichtungssuspension verstanden, die nach dem Beschichten und vor einem eventuellen Trocknungsvorgang auf den Tragkörpern verbleibt. Sie kann durch Wiegen des Tragkörpers vor und nach dem Beschichten ermittelt werden kann.

- 10 Trocken-Aufnahme ist dagegen die Menge des Beschichtungsmaterials, welche nach dem Trocknen und Calcinieren auf den Tragkörpern vorliegt.

Mit Soll-Menge wird im folgenden die Nass-Aufnahme verstanden, die zur Erreichung der geforderten katalytischen Aktivität unbedingt notwendig ist und von keinem beschichteten Tragkörper unterschritten werden darf.

- 15 Die Erfindung betrifft ein Verfahren bzw. eine entsprechende Vorrichtung zum Beschichten von offenporigen Körpern mit mindestens einer Beschichtungssuspension. Die Beschichtungssuspension enthält feste und gelöste Stoffe in einem flüssigen Medium. Die Beschichtung erfolgt mit einer Menge im nassen Zustand, die mindestens einer geforderten Soll-Menge entsprechen soll. Der Beschichtungsvorgang hat eine Schwankungsbreite der aufgetragenen Nass-Beschichtungsmenge von Körper zu Körper. Das erfindungsgemäße Verfahren ist gekennzeichnet durch folgende Verfahrensschritte:

- 20 a) Auf-/ bzw. Einbringen der Beschichtungssuspension in den Körper und anschließendes Absaugen bzw. Auspumpen dieser, so dass sich eine Ist-Menge der Beschichtungssuspension in dem Körper ergibt, die unter Berücksichtigung der Schwankungsbreite des Beschichtungsvorgangs stets größer ist als die geforderte Soll-Menge,
- 25

- b) Bestimmen der Differenz zwischen der Ist-Menge und der geforderten Soll-Menge und
 - c) Vermindern der Differenz zwischen Ist-Menge und Soll-Menge durch Entfernen von noch feuchter Beschichtungssuspension.
- 5 Das Verfahren ist für die Beschichtung von Tragkörpern aus Metall oder Keramik geeignet. Die Tragkörper können in Form von sogenannten Wabenkörpern mit beidseitig offenen, parallelen Strömungskanälen vorliegen oder eine offene porige Schaum- oder Faserstruktur aufweisen.

10 Für die folgenden Erläuterungen der Erfindung wird von Tragkörpern mit parallelen Strömungskanälen ausgegangen, die in großen Stückzahlen als Tragkörper für Katalysatoren zur Reinigung der Abgase von Verbrennungsmotoren eingesetzt werden.

15 Die Beschichtung der Tragkörper wird in einer sogenannten Beschichtungsstation vorgenommen. Aus dem Stand der Technik sind hierfür vielfältige Beispiele bekannt. Exemplarisch wird hier von einer Beschichtungsstation ausgegangen wie sie zum Beispiel in den Schriften DE 40 40 150 A1, DE 198 10 260 C2, EP 0941763 A1, EP 1136462 A1 und EP 1273344 A1 beschrieben ist.

20 Die Tragkörper werden zur Beschichtung auf die Beschichtungsstation aufgesetzt und von unten mittels einer Pumpe oder aus einem unter Druck stehenden Reservoir mit der Beschichtungssuspension gefüllt. Anschließend wird die überschüssige Beschichtungssuspension entweder aus dem Tragkörper herausgepumpt oder durch Anlegen eines Unterdruckes herausgesaugt. Danach können eventuell mit Beschichtungssuspension verschlossene Strömungskanäle zum Beispiel mit Preßluft freigeblasen werden.

25 Die resultierende Beschichtung des Tragkörpers wird im folgenden als Rohbeschichtung bezeichnet. Die Beschichtungsmenge der Rohbeschichtung hängt von der Feststoffkonzentration der Beschichtungssuspension, ihrer Viskosität und den Beschichtungsbedingungen, insbesondere den Bedingungen beim Entfernen der überschüssigen Beschichtungssuspension aus den Strömungs-

kanälen der Tragkörper ab. Dem Fachmann sind diese Zusammenhänge bekannt und er kann somit unter Berücksichtigung der Schwankungsbreite dieses Beschichtungsprozesses den Mittelwert der Ist-Beschichtungsmenge so legen, das die Soll-Menge bei keinem Tragkörper unterschritten wird.

- 5 Die Schwankungsbreite dieses konventionellen Beschichtungsprozesses hängt von der Art der Beschichtungssuspension und weiteren Parametern des Beschichtungsprozesses ab. Gewöhnlich liegt die Schwankungsbreite bei $\pm 5\%$ bis $\pm 10\%$. In günstigen Fällen kann sie bis auf $\pm 2\%$ vermindert werden.

10 Zur Verminderung der Schwankungsbreite dieses konventionellen Beschichtungsprozesses sieht die Erfindung eine Nachabsaugung der noch feuchten Beschichtungssuspension von einem Ende des Tragkörpers vor, um die Ist-Menge der Beschichtung der gewünschten Soll-Menge anzugleichen. Intensität und/oder Dauer der Nachabsaugung werden dabei an die ermittelte Differenzmenge, beziehungsweise an den Überschuss, angepasst.

- 15 Die Anpassung von Intensität und/oder Dauer der Nachabsaugung kann zum Beispiel darin bestehen, daß die entsprechenden Werte aus in Vorversuchen ermittelten Wertetabellen für die gemessene Ist-Menge ausgewählt werden. Alternativ können Intensität und/oder Dauer der Nachabsaugung entsprechend den bei den unmittelbar zuvor beschichteten Körpern ermittelten Werten für Ist-Menge, Intensität und/oder Dauer der Nachabsaugung und die damit erzielte Verminderung der Differenz zwischen Ist- und Soll-Menge geregelt werden, das heißt je nach Eingangsgewicht bzw. Abweichung von der geforderten Soll-Menge wird die Nachabsaugung vorausschauend so eingestellt, dass die Ist-Menge dem Zielgewicht bzw. der Soll-Beschichtungsmenge im Tragkörper
- 20
- 25 möglichst weitgehend angenähert wird.

Nach der Nachabsaugung wird die Beschichtungsmenge vorzugsweise erneut durch Wägung bestimmt und die Nachabsaugung solange wiederholt bis die Ist-Beschichtungsmenge innerhalb der Spezifikation liegt.

Erfindungsgemäß wird also ein konventionelles Beschichtungsverfahren verwendet um eine Rohbeschichtung auf dem Tragkörper aufzubringen. Im Anschluß daran erfolgt eine Nachabsaugung, in der ein etwaiges Zuviel (bezogen auf einen Zielwert bzw. die Soll-Menge) an Beschichtungssuspension abgesaugt wird.

Je nach Schwankungsbreite der Rohbeschichtung wird der Zielwert für die Beschichtungskonzentration (Mittelwert der Ist-Beschichtungsmengen) soweit nach oben verlegt, dass alle Tragkörper, auch solche mit Minimal-Beladung, noch innerhalb der Spezifikation liegen. Beträgt die Schwankungsbreite der Rohbeschichtung zum Beispiel $\pm 5\%$, so werden alle Tragkörper mit einem Mittelwert der Ist-Beschichtungsmengen von 105% beschichtet. Damit ist sichergestellt, dass alle Teile mit $105 \pm 5\%$ beschichtet werden und somit alle Tragkörper mindestens die Soll-Beschichtungsmenge aufweisen. Die Tragkörper werden also bei der Rohbeschichtung bewusst überladen. Der Mittelwert der Ist-Beschichtungsmengen liegt in diesem beispielhaften Fall bei 105% der geforderten Soll-Beladung.

Nun folgt die Nachabsaugung. Hierbei wird die bewusste Überladung der Tragkörper mit Beschichtungssuspension durch Nachabsaugung auf die Soll-Menge oder nahe daran abgesaugt.

Der eventuell vorhandene Überschuss bei der Rohbeschichtung zwischen Ist-Menge und Soll-Menge wird bevorzugt durch Wiegen ermittelt. Besonders bevorzugt geschieht die Bestimmung der Ist-Menge an Beschichtungssuspension durch Wiegen des bzw. jedes Tragkörpers vor und nach dem Beschichten mit Rohbeschichtung und Vergleichen der Ergebnisse. Auch wird vorzugsweise die tatsächlich entfernte Differenz-Menge durch Wiegen bestimmt. Ist das Gewicht der zur Beschichtung vorgesehenen Tragkörper hinreichend konstant, so kann auf das Wiegen vor dem Beschichten verzichtet werden.

Liegt die Ist-Menge sehr dicht oberhalb der Soll-Menge, so besteht die Gefahr, daß durch die Nachabsaugung die Soll-Menge unterschritten wird. Es ist daher

vorteilhaft, die Nachabsaugung nur dann vorzunehmen, wenn die Differenz zwischen Ist-Menge und Soll-Menge einen zuvor festgelegten Schwellwert überschreitet.

Die Differenz zwischen Eingangsgewicht der Rohbeschichtung und Soll-Beschichtungsmenge ist Kriterium für die Einstellung der Intensität der Nachabsaugung. Die Intensität der Nachabsaugung kann direkt über den angelegten Unterdruck oder indirekt über ein „Windschott“ bzw. eine Drosselklappe, ein Falschluffventil oder ein Eichleck in der Absaugleitung eingestellt werden. Als weiteres Regelkriterium kann die Dauer der Nachabsaugung verändert werden. Natürlich können auch beide Parameter in geeigneter Kombination geändert werden, um die Intensität der Nachabsaugung einzustellen.

Bevorzugt wird jedoch eine konstante Zeit für die Nachabsaugung im Bereich zwischen 0,1 und 5 Sekunden, insbesondere zwischen 0,5 und 2 Sekunden verwendet und die Intensität der Nachabsaugung durch Änderung des Unterdruckes mit Hilfe einer Drosselklappe, ein Falschluffventil oder ein Eichleck eingestellt. Im einfachsten Fall erfolgt die Einstellung der Intensität der Nachabsaugung durch eine Steuerung an Hand zuvor ermittelter Kennlinien, welche eine Auflistung der notwendigen Einstellparameter für die Drosselklappe usw. in Abhängigkeit von der Überladung, das heißt der Differenz zwischen Eingangsgewicht der Rohbeschichtung und Soll-Beschichtungsmenge, enthält.

Diese Kennlinien hängen in der Regel von der Zusammensetzung der verwendeten Beschichtungssuspension ab und müssen daher für jeden Beschichtungstyp (zum Beispiel Dreiweg-Katalysator für Benzinmotoren, Dieseloxydationskatalysator oder Stickoxidspeicherkatalysator) separat ermittelt werden. Es kann daher zweckmäßig sein, zum Beispiel mehrere Falschluffventile vorzusehen, die optimal an den Steuerungsbereich für verschiedene Arten der Beschichtungssuspension und/oder verschieden starke Überladungen angepaßt sind.

Besonders vorteilhaft ist der Aufbau eines Regelkreises aus den zu beschichtenden Tragkörpern als Regelstrecke, der gemessenen Überladung als Ist-Wert

und der Soll-Beladung als Soll-Wert. In einem Regler werden aus der Abweichung zwischen Ist- und Soll-Wert Stellgrößen für die Einstellung der als Stellglied fungierenden Drosselklappe (oder Falschluffventil etc.) ermittelt. Durch zunehmende Kampagnendauer ergibt sich eine Regeifunktion, die selbstlernend verfeinert und verbessert wird. Als Folge kann die Anpassung der Nachsaugung, bei sonst konstanten Prozeßparametern, vorausschauend für den jeweils nächsten Tragkörper erfolgen. Je nach Überbeschichtung wird die Leistung der Nachabsaugung für das spezifische Teil vorab individuell eingestellt. Den Erfolg dieser Maßnahme bewertet das Regelsystem selbständig, um die Regelparameter anzupassen und zu verbessern.

Somit wird die Beschichtung aller Tragkörper ein festgelegtes Toleranz-Fenster (z.B. $\pm 1\%$) oberhalb der Soll-Menge gezwungen, was mit einer einmaligen Absaugung nicht möglich ist.

Das Entfernen des Überschusses bzw. der Differenz-Menge erfolgt in besonders bevorzugter Ausführungsform durch iteratives Entfernen einer bestimmten, relativ kleinen Menge, Wiegen und gegebenenfalls Wiederholen dieser Schritte. Die Schritte b) und c) des Verfahrens werden hierbei also mindestens zweimal durchlaufen bis die Ist-Menge in einem vorher festgelegten Toleranzintervall oberhalb der Soll-Menge liegt. Dabei kann der festgelegte Schwellwert nach jedem Durchlauf reduziert werden, um für einen erneuten Durchlauf die Präzision zu erhöhen.

Beim Wiederholen der genannten Schritte werden die relativ kleinen Mengen bevorzugt aus jeweils entgegengesetzten Enden des Tragkörpers gesaugt. Das hat den Vorteil, dass die Gleichmäßigkeit der Beschichtung über die Länge der Kanäle im Tragkörper verbessert wird. Zum Saugen der relativ kleinen Mengen aus jeweils entgegengesetzten Enden des Tragkörpers wird der Tragkörper vor dem Nachsaugen jeweils um 180 Grad gedreht und kommt damit mit seinen entgegengesetzten Enden an einer Saugstation zum Anliegen.

Bei der iterativen Nachabsaugung besteht allerdings die Gefahr, dass die Beschichtungssuspension sich mit steigender Iterationsstufe verfestigt und die

Beschichtung durch die Nachabsaugung zunehmend nur noch getrocknet wird. Dieses Verhalten kann durch ein entsprechendes Steuer- bzw. Regelprogramm kompensiert werden. Bevorzugt wird jedoch die Zahl der Nachabsaugungen auf maximal 2 bis 3 beschränkt.

- 5 Nach erfolgter Nachabsaugung werden die beschichteten Tragkörper bei erhöhter Temperatur zwischen 80 und 200 °C für die Dauer von 5 Minuten bis 2 Stunden getrocknet und anschließend gewöhnlich bei Temperaturen zwischen 300 und 600 °C für die Dauer von 10 Minuten bis 5 Stunden calciniert. Die Calcinierung bewirkt eine gute Fixierung der Beschichtung auf dem Tragkörper
10 und überführt eventuelle Vorläuferverbindungen in der Beschichtungssuspension in ihre endgültige Form.

- Das vorgestellte Verfahren liefert bei der Beschichtung von Tragkörpern mit katalytisch aktiven Beschichtungen eine hervorragende Genauigkeit, das heißt eine geringe Schwankungsbreite, der Beschichtungskonzentration. Die erhöhte
15 Genauigkeit wird durch die erfindungsgemäße Nachabsaugung erhalten. Dies war zunächst überraschend, da zu befürchten war, daß durch die Nachabsaugung lediglich die flüssige Phase der Beschichtungssuspension entfernt würde, nicht aber auch ein entsprechender Feststoffanteil. Die Untersuchungen der Erfinder zeigten jedoch, daß dies nicht der Fall ist. Das Verhältnis von Trocken-
20 Aufnahme zu Nass-Aufnahme verändert sich durch die Nachabsaugung nur geringfügig.

- Es ist daher möglich, den Mittelwert der mit dem Verfahren erzielten Ist-Beschichtungsmengen dichter an die technisch erforderliche Soll-Beschichtungsmenge heranzulegen. Dadurch können erhebliche Einsparungen
25 an Edelmetall und wertvollen Rohstoffen für die Beschichtung erzielt werden. Bei den konventionellen Beschichtungsverfahren muß dagegen der Mittelwert der Ist-Beschichtungsmengen deutlich größer als die technisch erforderliche Soll-Beschichtungsmenge gewählt werden, um ein Unterschreiten der Soll-Beschichtungsmenge bei einigen Tragkörpern sicher zu vermeiden.

Besonders vorteilhaft ist die Anwendung des Verfahrens für die Anfertigung von Mehrfachschichten auf den Tragkörpern. Die Schwankungsbreiten der einzelnen Beschichtungen addieren sich hierbei, so daß bei den konventionellen Verfahren mit erheblichen Schwankungsbreiten der fertigen Mehrfachbeschichtung gerechnet werden muß. Durch Anwendung des erfindungsgemäßen Verfahrens auf dieses Beschichtungsproblem können Mehrfachschichten mit deutlich verminderten Schwankungsbreiten der Beschichtungskonzentration gefertigt werden.

Bevorzugte Ausführungsformen der Vorrichtung bzw. des Verfahrens werden beispielhaft an Hand der Figuren 1 und 2 näher erläutert. Es zeigen:

Figur 1: prinzipielle Darstellung einer bevorzugten Beschichtungsanlage zur Durchführung des Verfahrens und

Figur 2: eine graphische Darstellung der Beschichtungsmengen für eine Serie von Tragkörpern bei konventioneller Beschichtung und bei Beschichtung nach dem erfindungsgemäßen Verfahren

Figur 1 zeigt den möglichen Aufbau einer für das Verfahren geeigneten Beschichtungsanlage. Die Beschichtungsanlage weist vorzugsweise eine Beschichtungsstation 20 zur Herstellung der Rohbeschichtung auf. Zu diesem Zweck wird der zu beschichtende Tragkörper 1 auf den dafür vorgesehenen Halteelementen abgesetzt, vgl. Fig. 1. Durch Aufblasen einer aufblasbaren Gummimanschette 21 wird der Tragkörper 1 auf der Station fixiert und abdichtet. Weiterhin kann eine zweite Dichtungsmanschette 22 vorgesehen sein, die auf das obere Ende des Tragkörpers 1 aufgebracht wird, um einen Überlauf 23 dicht zu fixieren. Vorzugsweise oberhalb ist ein Füllsensor 25 angeordnet, über den die ausreichende Befüllung des Tragkörpers 1 detektiert wird und der dementsprechend ein Signal an die Vorrichtungssteuerung bzw. Regelung der Beschichtungsanlage gibt.

Zur Anfertigung der Rohbeschichtung wird die Beschichtungssuspension über die Zuleitung 24 von unten in den Tragkörper eingepumpt, bis der Füllsensor

das Erreichen einer festgelegten Füllhöhe meldet. Danach wird überschüssige Beschichtungssuspension durch Öffnen einer Absaug- bzw. Drosselklappe 26 aus den Kanälen des Tragkörpers 1 durch Absaugen (Vorabsaugung) entfernt. Hierzu ist eine Rohrleitung mit einem hier nicht gezeigten Unterdruckgefäß und einem Demister verbunden. Das Unterdruckgefäß ist mit einem Gebläse verbunden, welches einen Unterdruck zwischen vorzugsweise 50 und 500 und besonders bevorzugt 300 mbar aufrecht erhält. Intensität und Dauer der Vorabsaugung können mit Hilfe der Drosselklappe 26 eingestellt werden. Sie bestimmen die auf dem Tragkörper verbleibende Roh-Beschichtungsmenge. Außerdem dient dieser Vorgang dazu, eventuell durch Beschichtungssuspension verstopfte Kanäle zu öffnen.

Fig. 1 zeigt weiterhin eine Wiegestation 30, in der der beschichtete Tragkörper 1 auf einer Waage 31 gewogen wird. Auf diese Weise kann die Menge der Beschichtungssuspension im Tragkörper 1 ermittelt werden. Zusätzlich kann eine der Beschichtungsstation 20 vorgeschaltete Wiegestation 10 mit Waage 11 vorgesehen sein, die das Gewicht des Tragkörpers 1 vor der Beschichtung bestimmt.

Sollte sich nun in der Wiegestation 30 herausstellen, dass die Beladung des Tragkörpers 1 mit Beschichtungssuspension zu hoch ist, wird der Tragkörper auf eine Nachsaugstation 40 befördert, über die die zuviel aufgebrachte Beschichtungssuspension entfernt wird. In der Nachsaugstation 40 befindet sich, ähnlich der Beschichtungsstation 20, eine Dichtungsmanschette 41, die den Tragkörper 1 dicht auf der Nachsaugstation 40 fixiert. Über eine Absaugklappe 46 wird dabei die Menge der abgesaugten Beschichtungssuspension gesteuert bzw. geregelt. Sollte dagegen in der Wiegestation festgestellt werden, daß die aufgebrachte Beschichtungsmenge schon unterhalb des Schwellwertes liegt, so wird der Tragkörper ohne Nachsaugung aus der Beschichtungsanlage ausgeschleust und einer hier nicht dargestellten Trocknungs- und Calcinierstation zugeführt.

Nach der Nachabsaugung erfolgt besonders bevorzugt ein weiteres Wiegen des Tragkörpers 1 in der Wiegestation 30 oder in einer weiteren Wiegestation

50 mit einer Waage 51, wie in Fig. 1 dargestellt. Sollte bei der weiteren Kontrolle der Menge der Beschichtungssuspension im Tragkörper 1 festgestellt werden, dass sich noch immer zuviel Beschichtungssuspension im Tragkörper 1 befindet, kann dieser nochmals in die Nachsaugstation 40 befördert werden.

5 Andernfalls wird der Tragkörper aus der Beschichtungsstation ausgeschleust und der Trocknungs- und Calcinierstation zugeführt.

Die Wiegestationen 30 und 50 können, wie bereits angedeutet, zusammengelegt werden, abhängig von der gewünschten Flexibilität bzw. Geschwindigkeit der gesamten Anlage. Weiterhin können die Wiegestation 30 bzw. 50 mit der

10 Nachsaugstation 40 oder der Beschichtungsstation 20 kombiniert werden.

Ausführungsbeispiel

Mit der Beschichtungsanlage gemäß Figur 1 wurde eine Beschichtungskampagne zur Beschichtung von 500 Tragkörpern durchgeführt.

Im Diagramm von Figur 2 sind die Beschichtungsergebnisse für 37 Tragkörper

15 dargestellt. Auf der Abszisse ist die Beschichtungsnummer angegeben. Auf der Ordinate ist die ermittelte Beschichtungsmenge in Prozent bezogen auf die gewünschte Soll-Menge (100 %) aufgetragen.

Kurve a) gibt die Beschichtungsmengen der Rohbeschichtung wieder so wie sie in der Wiegestation 30 ermittelt wurden. Die hier verwendete Beschichtungssuspension wies eine Schwankungsbreite der Rohbeschichtung von $\pm 3 \%$ auf.

20 Dementsprechend wurde der Mittelwert der Rohbeschichtung auf 103 % der Soll-Beschichtungsmenge gelegt.

Kurve b) zeigt die Ergebnisse nach einmaliger Nachabsaugung. Die Schwankungsbreite der Beschichtungsmenge konnte durch die Nachabsaugung auf

25 $\pm 0,5 \%$ vermindert werden. Der Mittelwert der durch Nachabsaugung erzeugten Beschichtungsmengen lag bei 101 % der Soll-Menge.

Die durch Nachabsaugung aus den Tragkörpern entfernte Beschichtungssuspension wird gesammelt und nach entsprechender Konditionierung dem Be-

schichtungsprozess wieder zugeführt. Daher können durch das vorgeschlagene Verfahren im Falle dieses Ausführungsbeispiels etwa 2 % der Edelmetallkosten und entsprechende Kosten für die weiteren Beschichtungsmaterialien eingespart werden.

Patentansprüche

- 5
1. Verfahren zum Beschichten von offenporigen Körpern mit mindestens einer Beschichtungssuspension, welche insbesondere feste und gelöste Stoffe in einem flüssigen Medium aufweist, in einer Menge im nassen Zustand, die mindestens einer geforderten Soll-Menge entsprechen soll, wobei der Beschichtungsvorgang eine Schwankungsbreite der aufgetragenen Nass-Beschichtungsmenge von Körper zu Körper aufweist, gekennzeichnet durch folgende Verfahrensschritte:
- 10
- (a) Auf-/ bzw. Einbringen der Beschichtungssuspension in den Körper und anschließendes Absaugen bzw. Auspumpen dieser, so dass sich eine Ist-Menge der Beschichtungssuspension in dem Körper ergibt, die unter Berücksichtigung der Schwankungsbreite des Beschichtungsvorgangs stets größer ist als die geforderte Soll-Menge,
- 15
- (b) Bestimmen der Differenz zwischen der Ist-Menge und der geforderten Soll-Menge und
- (c) Vermindern der Differenz zwischen Ist-Menge und Soll-Menge durch Entfernen von noch feuchter Beschichtungssuspension.
- 20
2. Verfahren nach Anspruch 1, wobei den Schritten (a) bis (c) Trocknen und Calcinieren der auf-/ bzw. eingebrachten Beschichtungssuspension folgt.
- 25
3. Verfahren nach Anspruch 2, wobei im Schritt (c) das Vermindern der Differenz zwischen Ist-Menge und Soll-Menge durch Nachabsaugen mit einer an die Größe der Differenzmenge angepassten Intensität und/oder Dauer von einem Ende des Körpers erfolgt.
4. Verfahren nach Anspruch 3, wobei Dauer und/oder Intensität der Nachabsaugung aus in Vorversuchen ermittelten Wertetabellen für die gemessene Ist-Menge ausgewählt werden.
- 30
5. Verfahren nach Anspruch 4, wobei Dauer und/oder Intensität der Nachabsaugung entsprechend den bei den unmittelbar zuvor beschichteten Kör-

pern ermittelten Werten für Ist-Menge, Dauer und/oder Intensität der Nachabsaugung und damit erzielte Verminderung der Differenz zwischen Ist- und Soll-Menge geregelt werden.

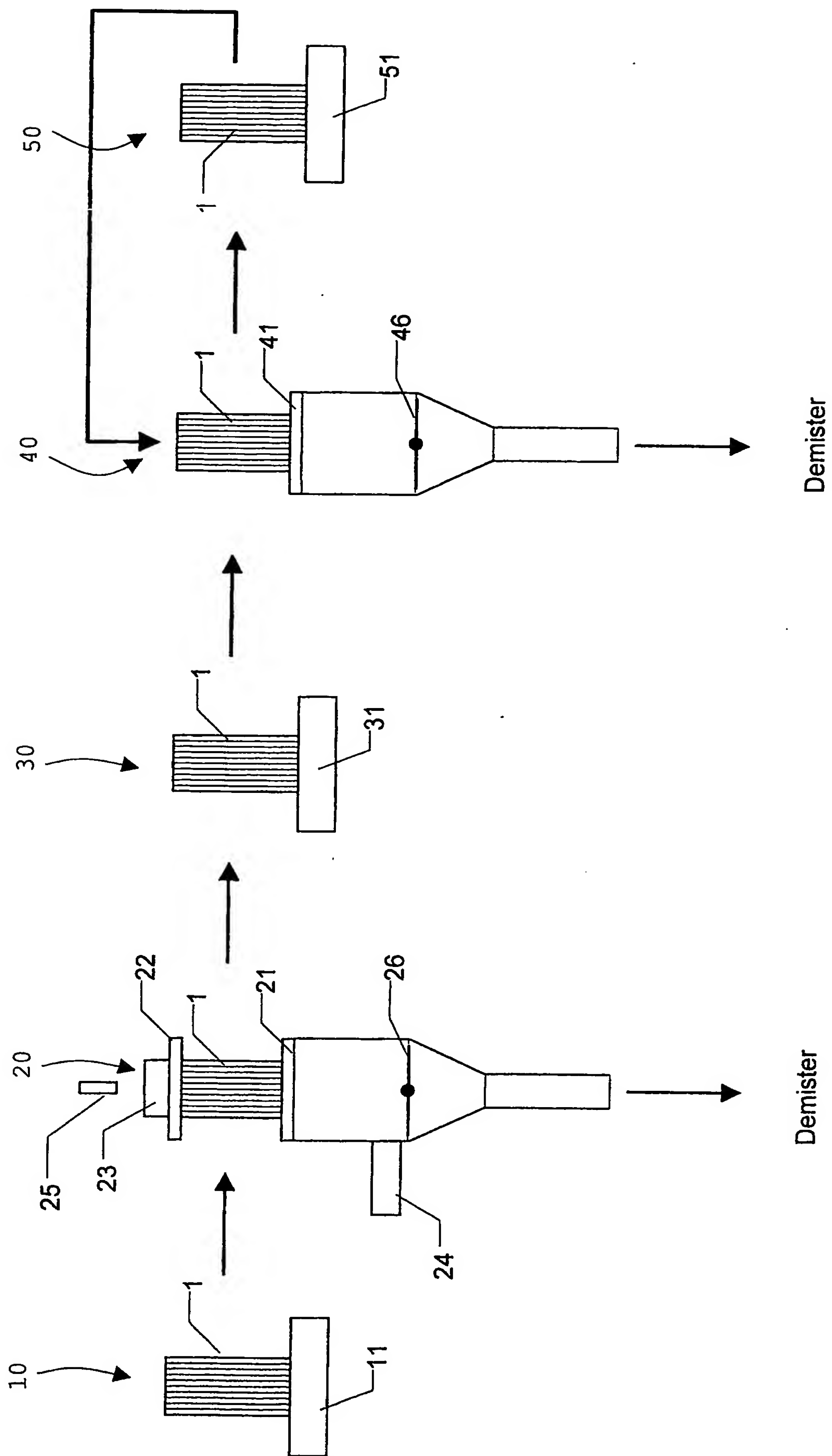
- 5 6. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei die Ist-Menge durch Wiegen des Körpers vor dem Schritt (a) und nach dem Schritt (a) ermittelt wird.
7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, wobei die Schritte (b) und (c) mindestens zweimal durchlaufen werden, bis die Ist-Menge in einem vorher festgelegten Toleranzintervall oberhalb der Soll-Menge liegt.
- 10 8. Verfahren nach Anspruch 7, wobei das Absaugen beim zweiten Durchlauf vom zweiten Ende des Körpers erfolgt.
9. Verfahren nach einem der Ansprüche 6 bis 8, wobei die Verminderung der Differenz zwischen Ist-Menge und Soll-Menge in Schritt c) nur vorgenommen wird, wenn diese Differenz einen zuvor festgelegten Schwellwert überschreitet.
- 15 10. Verfahren nach Anspruch 7 oder 8, wobei die Verminderung der Differenz zwischen Ist-Menge und Soll-Menge in Schritt c) nur vorgenommen wird, wenn diese Differenz einen zuvor festgelegten Schwellwert überschreitet und dieser Schwellwert nach jedem Durchlauf vermindert wird.
- 20 11. Vorrichtung zum Beschichten von offenporigen Körpern mit mindestens einer Beschichtungssuspension, welche insbesondere feste und gelöste Stoffe in einem flüssigen Medium aufweist, in einer Menge im nassen Zustand, die mindestens einer geforderten Soll-Menge entsprechen soll, wobei der Beschichtungsvorgang eine Schwankungsbreite der aufgetragenen Nass-Beschichtungsmenge von Körper zu Körper aufweist, insbesondere für ein Verfahren nach mindestens einem der vorhergehenden Ansprüche, mit:
- 25

- 5 (a) einer Einrichtung (20) zum Beschichten des Körpers mit einer Ist-Menge der Beschichtungssuspension durch Auf-/ bzw. Einbringen und nachfolgendes Absaugen bzw. Abpumpen der Beschichtungssuspension, wobei die Ist-Menge unter Berücksichtigung der Schwankungsbreite des Beschichtungsvorgangs stets größer ist als die geforderte Soll-Menge,
- (b) einer Einrichtung (30, 50) zum Bestimmen der Differenz zwischen der Ist-Menge und der geforderten Soll-Menge und
- 10 (c) einer Einrichtung (40) zum Vermindern der Differenz zwischen Ist-Menge und Soll-Menge durch Entfernen von noch feuchter Beschichtungssuspension.

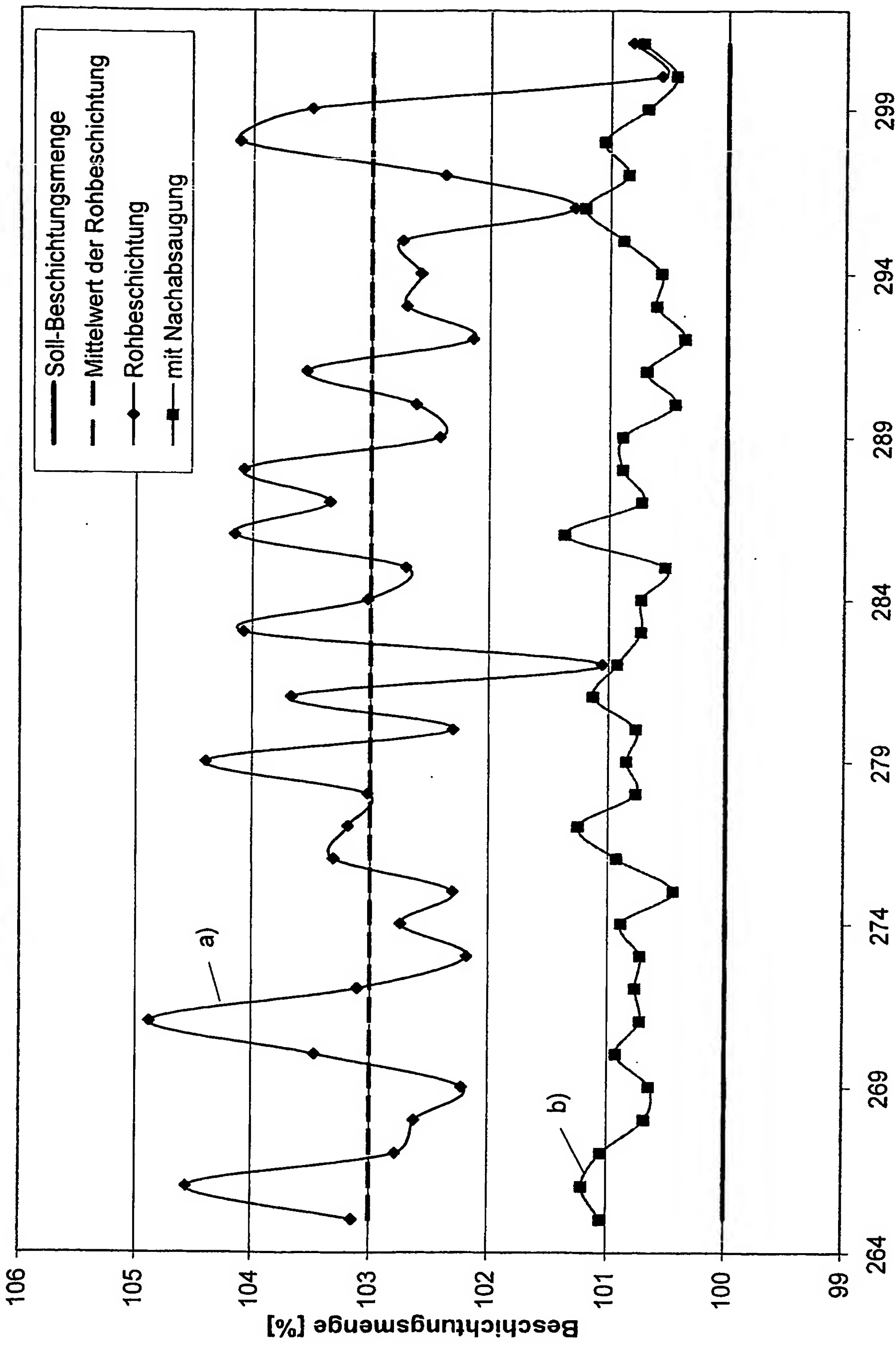
Zusammenfassung

Verfahren und Vorrichtung zum Beschichten eines Tragkörpers

Die Erfindung betrifft ein Verfahren bzw. eine entsprechende Vorrichtung zum Beschichten von offenporigen Körpern mit mindestens einer Beschichtungssuspension. Die Beschichtungssuspension hat insbesondere feste und gelöste Stoffe in einem flüssigen Medium in einer Menge im nassen Zustand, die mindestens einer geforderten Soll-Menge entsprechen soll. Der Beschichtungsvorgang hat eine Schwankungsbreite der aufgetragenen Nass-Beschichtungsmenge von Körper zu Körper. Das erfindungsgemäße Verfahren ist gekennzeichnet durch folgende Verfahrensschritte: Beschichten des Körpers mit einer Ist-Menge der Beschichtungssuspension, die unter Berücksichtigung der Schwankungsbreite des Beschichtungsvorgangs stets größer ist als die geforderte Soll-Menge, Bestimmen der Differenz zwischen der Ist-Menge und der geforderten Soll-Menge und Vermindern der Differenz zwischen Ist-Menge und Soll-Menge durch Entfernen von noch feuchter Beschichtungssuspension.



Figur 1



Stückzahl

Figur 2